

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-139887

(43)Date of publication of application : 22.05.2001

(51)Int.Cl.

C09D201/00

C09D 5/03

C09D 5/29

(21)Application number : 11-321226

(71)Applicant : ASAHI KASEI METALS KK

(22)Date of filing : 11.11.1999

(72)Inventor : IRI KIYOSHI

(54) METALLIC POWDER COATING COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a metallic powder coating composition which has excellent decorativeness and applicability without detriment to excellent characteristics inherent in a powder coating material and which forms a coating film excellent in corrosion resistance and gloss without the necessity for forming a topcoat layer.

SOLUTION: A powder coating material and a metallic pigment covered with a three-dimensionally crosslinked resin having a high compatibility with the powder coating material are preheated to a temperature higher than the softening point of the powder coating material. Thus, the metallic pigment is fused with the surface and inside of the resin particles of the powder coating material, giving the objective composition wherein the powder coating material and the pigment are homogeneously united.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-139887
(P2001-139887A)

(43) 公開日 平成13年 5月22日 (2001.5.22)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	キーワード (参考)
C 0 9 D 201/00		C 0 9 D 201/00	4 J 0 3 8
5/03		5/03	
5/29		5/29	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平11-321226	(71) 出願人	000116840 旭化成メタルズ株式会社 東京都千代田区有楽町 1 丁目 1 番 2 号
(22) 出願日	平成11年11月11日 (1999. 11. 11)	(72) 発明者	入 清 茨城県西茨城郡友部町大古山499 旭化成 メタルズ株式会社内
		(74) 代理人	100094709 弁理士 加々美 紀雄 (外 2 名)
		F ターム (参考)	4J038 DB001 DB002 DD001 DD002 DG111 DG261 EA011 HA066 KA08 KA15 KA20 LA06 MA02 NA01 NA03

(54) 【発明の名称】 メタリック粉体塗料組成物

(57) 【要約】

【課題】 従来の粉体塗料の優れた特性を有すると共に、優れた意匠性、塗装作業性を有し、かつ、トップコートなしに優れた耐食性と塗膜の光沢性を合わせ持つメタリック粉体塗料組成物を提供する。

【解決手段】 粉体塗料と粉体塗料と相溶性の高い三次元架橋した樹脂で被覆されたメタリック顔料を粉体の軟化点を超える温度まで予め熱することにより、メタリック顔料を粉体塗料の樹脂粒子表面並びに内部に融合させ、粉体とメタリック顔料が均一で一体となったメタリック粉体塗料組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉体樹脂塗料と、樹脂で表面を被覆したメタリック顔料を、該樹脂塗料の軟化点以上の温度下で、予め加熱混合することにより形成されるメタリック粉体塗料組成物。

【請求項2】 粉体樹脂塗料100重量部に対し、樹脂で表面を被覆したメタリック顔料が0.5～15重量部含まれる、請求項1記載のメタリック粉体塗料組成物。

【請求項3】 樹脂で表面を被覆したメタリック顔料において、当該樹脂が三次元架橋樹脂である請求項1または2記載のメタリック粉体塗料組成物。

【請求項4】 粉体樹脂塗料と、樹脂で表面を被覆したメタリック顔料を、該粉体樹脂塗料の軟化点以上の温度下で、予め加熱混合する請求項1、2または3記載のメタリック粉体塗料組成物の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はメタリック粉体塗料組成物に関するものであり、特にメタリック顔料を使用した粉体樹脂塗料の耐食性、塗膜の外観を向上させることができるメタリック粉体塗料組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来から、塗装面に対して意匠性を付与し、建築物、各種製品に美しい外観等を付与することを目的として、艶消し、ハンマートーン、メタリック、パールトーン、チヂミ模様等の粉体樹脂塗料が世に送り出されてきた。特に最近の粉体樹脂塗料の低温焼き付け化に伴い、非金属分野で、被塗物に金属光沢を与え得る一手法としてメタリック粉体の塗装が行われている。しかしメタリック顔料は熔融混練すると混練時のシエアでメタリックの高い輝度感を維持するのが困難であった。また粉体とメタリック顔料のドライブレンドを行うと、粉体塗装時に塗料と顔料の分離現象が生じ、被塗物に対し粉体とメタリック顔料の分布にバラツキが生じやすく、リサイクル時粉体塗料の組成の偏りも起こりやすいし、また、メタリック顔料が塗膜表面に突起しやすく、優れた意匠性を与えるのが困難であった。更に、現在の塗装系では、メタリック顔料の耐食性を維持するためにトップコートとして、クリアー系の保護塗膜層を形成する必要がある、塗装作業性、作業効率の点においても問題があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の粉体樹脂塗料の優れた特性を有すると共に、優れた意匠性、塗装作業性を有し、かつ、トップコートなしに優れた耐食性と塗膜の光沢性を合わせ持つメタリック粉体塗料組成物を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らが研究を行っ

た結果、粉体樹脂塗料と表面を樹脂で被覆されたメタリック顔料を、粉体の軟化点以上の温度下で、予め加熱混合することにより、粉体樹脂塗料とメタリック顔料が均一なメタリック粉体塗料組成物を形成することができ、粉体塗装時の粉体樹脂塗料とメタリック顔料の割合が一定でかつ塗装時の分離現象が生じず、リサイクル時の組成の偏りもなく、かつ、メタリック塗膜としてトップコートなしに優れた耐食性と塗膜の光沢性を合わせ持つという知見を得、本発明を完成した。

【0005】すなわち、本発明は、(1)粉体樹脂塗料と、樹脂で表面を被覆したメタリック顔料を、該樹脂塗料の軟化点以上の温度下で、予め加熱混合することにより形成されるメタリック粉体塗料組成物、(2)粉体樹脂塗料100重量部に対し、樹脂で表面を被覆したメタリック顔料が0.5～15重量部含まれる、前記(1)記載のメタリック粉体塗料組成物、(3)樹脂で表面を被覆したメタリック顔料において、当該樹脂が三次元架橋樹脂である前記(1)または(2)記載のメタリック粉体塗料組成物、(4)粉体樹脂塗料と、樹脂で表面を被覆したメタリック顔料を、該粉体樹脂塗料の軟化点以上の温度下で、予め加熱混合する前記(1)、(2)または(3)記載のメタリック粉体塗料組成物の製造法、に関する。

【0006】本発明で使用する粉体樹脂塗料としては、従来から粉体樹脂塗料の製造に用いられている樹脂を特に制限無く使用することにより製造できる。それら樹脂の具体的な例を挙げると、ポリエステルーウレタン硬化系樹脂、ポリエステルーエポキシ硬化系樹脂、エポキシ系樹脂、アクリル系樹脂、アクリルーポリエステル系樹脂、フッ素系樹脂、アクリルーウレタン硬化系樹脂、アクリルーメラミン硬化系樹脂、ポリエステルーメラミン硬化系樹脂等があり、これらを単独ないしは必要に応じて2種以上組み合わせ使用することができる。また必要に応じてノボラック樹脂、フェノキシ樹脂、ブチラール樹脂、ケトン樹脂、ポリエステル樹脂、ロジン等の改質樹脂、エポキシ化油、ジオクチルフタレート等の可塑剤を適宜使用することができる。

【0007】本発明で使用するメタリック顔料は、アルミニウム、亜鉛、銅、ブロンズ、ニッケル、チタン、ステンレス等のフレーク状金属粉が好適である。中でも、金属光沢に優れ、安価な上に比重が小さいため取り扱いが良い点で、フレーク状アルミニウム顔料が特に好適である。

【0008】本発明のメタリック顔料は、その表面を樹脂で被覆されていることが必要である。表面を樹脂で被覆することにより、顔料と粉体樹脂塗料との相溶性が高まり、均一なメタリック粉体塗料組成物が得られる。これら樹脂の選定にあたっては、特に制限は無いが、粉体樹脂塗料との相溶性のよいものとして、例えば、アクリル樹脂系、ウレタン樹脂系等が挙げられる。特に、三次

元架橋樹脂が優れた耐薬品性等の化学的安定性、耐せん断力性等の機械的安定性を示し、好ましい。

【0009】三次元架橋樹脂は、一般に二個以上の不飽和二重結合を有するモノマーを重合させることにより得られ、アクリル系樹脂が一般的であるが、これに限定されるものではない。具体的モノマーとしては、例えば、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリメチロールプロパントリメタアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、テトラメチロールプロパンテトラアクリレート、エチレングリコールジメタアクリレート、ジトリメチロールプロパンテトラアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート等を挙げることが出来、これらの一種または二種以上が使用される。

【0010】メタリック顔料の表面上に三次元架橋した樹脂を被覆する方法としては、例えば、特開昭62-253668に記載の手法が用いられ、通常アルミニウム顔料を炭化水素等の有機溶剤中に分散した状態でモノマーから *in situ* 重合により合成したポリマーで被覆して成る。モノマーは、二個以上の不飽和二重結合を有するためアルミニウム顔料表面に高度に架橋した網目密度の高い樹脂層を形成する。樹脂量は、メタリック顔料の特性、特に表面積によって異なるが、一般にメタリック顔料100重量部に対して0.01重量部から30重量部の間であることが耐食性並びに塗膜外観の点で好ましい。

【0011】メタリック顔料は、残留溶剂量として5重量%以下、好ましくは、2重量%以下であることが好ましい。ここでいう残留溶剂量とは、メタリック顔料の粉碎やモノマーの重合時に使用される主に炭化水素系溶剤で有る。残留溶剂量が、5重量%を越えると、メタリック顔料と粉体樹脂塗料を融合させる時、メタリック顔料の集塊形成が生じるおそれがあり、この場合には粉体とメタリック顔料が不均一となるので好ましくない。

【0012】メタリック顔料と粉体樹脂塗料の組成量は、粉体樹脂塗料100重量部に対し、好ましくは0.5~15重量部、特に好ましくは1.0~8重量部である。0.5重量部以上であるとメタリック顔料による意匠性の発現が良好になる傾向があり、また、15重量部以下であると、成膜がしやすい傾向がある。

【0013】以上の粉体樹脂塗料とメタリック顔料を、粉体樹脂塗料の軟化点以上の温度まで熱することにより、メタリック顔料を粉体樹脂塗料の樹脂粒子表面並びに内部に融合させ、粉体とメタリック顔料を均一で一体となった組成物とする。まず粉体樹脂塗料とメタリック顔料を所定の組成量を小型混合機でドライブレンドして均一なブレンド物を調整する。得られたブレンド物を粉体樹脂塗料の軟化点以上で、硬化温度以下の雰囲気下に接触させることにより目的のメタリック粉体塗料組成物を得る。接触条件は、使用する粉体樹脂塗料によるが、

メタリック顔料が粉体樹脂塗料粒子表面並びに内部に融合するためには、少なくとも粉体樹脂塗料の軟化点以上の温度が好適である。硬化温度を超えると硬化反応が進行し粒子の粗大化や成膜性への悪影響が及ぼし好ましくない。

【0014】上述の手法により、本発明においては、粉体樹脂塗料とメタリック顔料の均一性の高い粉体塗料組成物が得られる。この均一化の機構は、必ずしも明らかでは無いが、メタリック顔料を被覆した樹脂が三次元架橋性を有しているのため、粉体樹脂塗料と相溶性・付着性が高く、軟化した粉体樹脂塗料の表面並びに内部にメタリック顔料が選択的に融合し、強固に固定化されるからであると考えられる。

【0015】本発明のメタリック粉体塗料組成物は、上述のごとく、主として粉体樹脂塗料と、樹脂により被覆されたメタリック顔料からなるが、これら以外にも、塗料製造用の樹脂、硬化剤、着色顔料、体質顔料、及び添加剤等を必要に応じて併用してもよい。

【0016】具体的に併用される顔料を挙げると、二酸化チタン、ベンガラ、酸化鉄、亜鉛末粉、カーボンブラック、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、キナクリドン系顔料、アゾ系顔料、イソインドリノン系顔料、各種焼成顔料等の着色顔料、シリカ、タルク、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、ガラスフレーク等の体質顔料がある。

【0017】添加剤としては、タレ防止剤、表面調整剤、架橋促進剤、紫外線吸収剤、光安定剤、抗酸化剤等を必要に応じて使用することができる。

【0018】本発明のメタリック粉体塗料組成物は、静電スプレーガン、流動浸漬、摩擦帯電ガン、インモールド等で被塗物に塗装し、熱風炉、赤外炉、誘導加熱炉等で焼き付けることにより硬化塗膜を形成することができる。

【0019】

【実施例】以下、本発明を実施例により更に詳細に説明する。まず、以下の手法により、樹脂被覆アルミニウム顔料Aを調製した。1リッターの三口フラスコに、アルミニウムペースト(旭化成工業株式会社製MG-21)

118g及びミネラルスピリット325gを加え、窒素ガスを導入しながら攪拌し、系内の温度を80℃に昇温した。次いで、アクリル酸(試薬)0.255gを添加し、30分攪拌を続けた。次いで、トリメチロールプロパントリメタアクリレート(試薬)4.25gとアゾビスイソブチロニトリル(試薬)0.425gを添加し、5時間重合した。重合終了後、常温まで放冷し、ろ過し、樹脂被覆アルミニウム顔料を含むペーストを得た。このペーストの不揮発分(JIS K 5906による)

は、60.5重量%であった。アルミニウム金属分100重量部に対する樹脂被覆量は5.7重量部であった。

これは、アクリル酸、トリメチロールプロパントリメタ

クリレート、アゾビスイソブチロニトリルの重合反応物の 98%以上がアルミニウム金属表面上に付着したものであると推定される。

【0020】次いで、ポリエステルウレタン硬化樹脂系粉体樹脂塗料（ニッシンテオデュール PE785-900 クリアー、軟化点 111~117℃、ゲル時間 120 秒 [200℃]）100 重量部に対し、真空乾燥により溶剤分を揮発させ加熱残分 98.5%のパウダー状にした、上記記載の方法により調製された樹脂被覆アルミニウム顔料 A（平均粒径 30 μm、樹脂分 7%、溶剤可溶分 0.3%以下）5 部を、予めドライブレンド後、120~130℃の温度で加熱、混合することにより、メタリック顔料を粉体塗料の樹脂粒子表面、並びに、内部に融合させ、メタリック粉体塗料組成物を得た。

【0021】

【比較例】前記粉体樹脂塗料 100 重量部と前記樹脂被覆アルミニウム顔料 A 5 重量部を、20℃でドライブレンドしたのみの比較用粉体樹脂塗料を得た。

【0022】実施例、及び、比較例で得られた粉体樹脂塗料を、静電粉体塗装ガン（オノダ G×107 カップガン、電圧 70KV）を用い、SPCC-B リン酸亜鉛処理板へ、膜厚 70~90 μm になるように塗装を行い、190℃で 20 分間熱風循環式電気焼付炉で焼き付け後、各種試験を行った。

【0023】1. 塗料塗着性

成膜の状態を目視にて判定。

○：成膜している ×：成膜不足である

2. アルミニウム顔料塗着性

塗膜のメタリックむらの状態を目視にて判定。

○：むらが無い ×：むらが著しい

* 3. 塗膜外観

塗膜の表面状態を目視にて判定。

○：ざらつきが無く良好 ×：ざらつきがあり黒み

4. 意匠性

意匠性の有無を目視判定。

○：意匠性有り △：意匠の均一性に劣る ×：意匠性なし

5. 光沢度

60 度鏡面光沢度を測定。

○：80%以上 △：70%以上~80%未満 ×：70%未満

6. 耐水性

塗板を 40℃で 400 時間浸漬し、浸漬前後の塗膜の状態を比較する。

○：良好 △：やや差異あり ×：変化が著しい

7. 耐酸性

塗板を 5%硫酸溶液に室温で 72 時間浸漬し、浸漬前後の塗膜の状態を比較する。

○：良好 △：やや差異あり ×：変化が著しい

8. 耐湿性

塗板を 50℃湿度 98%雰囲気下で 400 時間暴露し、暴露前後の塗膜の状態を比較する。

○：良好 △：やや差異あり ×：変化が著しい

9. 促進耐候性

塗板をサンシャインメーターで 400 時間暴露し、暴露前後の塗膜の光沢度を測定し、光沢保持率を算出。

○：70%以上 △：50%以上 70%未満 ×：50%未満

表 1 に、各種試験結果を示す。

【0024】

* 30 【表 1】

組成	実施例	比較例
ポリエステルウレタン硬化樹脂系粉体塗料	100 重量部	100 重量部
樹脂被覆アルミニウム顔料 A（パウダー状）	5 重量部	5 重量部
粉体塗料とアルミニウム顔料 A の処理	融合	ドライブレンド
1. 塗料塗着性	○	×
2. アルミニウム顔料塗着性	○	×
3. 塗膜外観	○	×
4. 意匠性	○	×
5. 光沢度	○	×
6. 耐水性	○	△
7. 耐酸性	○	△
8. 耐湿性	○	△
9. 促進耐候性	○	△

【0025】比較例に対して実施例は塗装時、塗料とアルミニウム顔料の分離現象が発生せず、均一な意匠効果が得られている。塗料並びにアルミニウム顔料の塗着性も優れ、塗膜外観、光沢度も良好である。また、塗膜の耐食性に関して、耐水性・耐酸性・耐湿性・促進耐候性

についても極めて良好であり、ドライブレンドでは得られないメタリック粉体塗料組成物の効果が十分に発揮されている。

【0026】

【発明の効果】本発明のメタリック粉体塗料組成物によ

り、従来の粉体塗料の優れた特性を有すると共に、優れた意匠性、塗装作業性を有し、かつ、トップコートなしに優れた耐食性と塗膜の光沢性を合わせ持つメタリック粉体塗料組成物を提供することが可能になる。粉体塗装時、メタリック顔料と粉体の分離現象が回避できメタリック塗膜の意匠において均一、かつ、連続的なメタリック感の発現が可能になる。意匠効果は通常の粉体樹脂塗

料とメタリック顔料のドライブレンドによるものよりも大きく、通常、溶剤型塗料、水系塗料のこれらのメタリック顔料を用いた塗料の塗膜とほぼ同等の外観が得られる。また、これまで耐食性の点で必要不可避であったクリアー保護層であるトップコートの形成が不要になり、優れた塗膜品質に加え塗装作業性の効率化が望める。